

1/7/1

DIALOG(R)File 350:Derwent WPIX
(c) 2006 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014135551

WPI Acc No: 2001-619762/200172

Long-chain N-acylamino acid salt aqueous solution for use as surfactant and antimicrobial compound, contains specific amount of hydrophilic substance added to N-acylamino acid salt

Patent Assignee: ASAHI KASEI KOGYO KK (ASAHI)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2001131129	A	20010515	JP 99309135	A	19991029	200172 B

Priority Applications (No Type Date): JP 99309135 A 19991029

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 2001131129 A 7 C07C-231/22

Abstract (Basic): JP 2001131129 A

NOVELTY - Long-chain N-acylamino acid salt aqueous solution contains 1 ppm-10 wt.% of a hydrophilic substance, having more than 12C, added to N-acylamino acid salt.

USE - For use as surfactant and antimicrobial compound.

ADVANTAGE - Precipitation is prevented. N-acylamino acid salt aqueous solution has excellent storage stability at low temperature and high utility.

pp; 7 DwgNo 0/0

Derwent Class: D22; D25; E16

International Patent Class (Main): C07C-231/22

International Patent Class (Additional): C07C-233/47; C07C-233/49;
C11D-001/10; C11D-003/20; C11D-017/08

(19)日本国特許庁 (JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-131129

(P2001-131129A)

(43)公開日 平成13年5月15日(2001.5.15)

(51)Int.CI.	識別記号	F I	マークコード (参考)
C07C231/22		C07C231/22	4H003
233/47		233/47	4H006
233/49		233/49	
C11D 1/10		C11D 1/10	
3/20		3/20	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全7頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平11-309135	(71)出願人	000000033 旭化成株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
(22)出願日	平成11年10月29日(1999.10.29)	(72)発明者	山脇 幸男 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成 工業株式会社内
		(72)発明者	山本 伸一 宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成 工業株式会社内
		(74)代理人	100094709 弁理士 加々美 紀雄 (外2名)
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液

(57)【要約】

【課題】 広いpH範囲で優れた低温安定性を發揮し、低温下での保存時にも渦りや沈殿を生じないN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液を提供する。

【解決手段】 N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液に炭素数12以上の親水性物質を少量混合することで、起泡性、泡安定性、高温安定性、臭気等の基本的な物性を損なうことなく、広いpH範囲で低温安定性に優れたN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液において、炭素数12以上の親水性物質をN-長鎖アシルアミノ酸塩に対し1重量ppm～10重量%含有することを特徴とするN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液。

【請求項2】 炭素数12以上の親水性物質が、長鎖アルコール、両性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、親水性高分子またはオリゴマーから選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする請求項1記載のN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、低温安定性に優れたN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 N-長鎖アシルアミノ酸の有機アミン塩またはアルカリ金属塩は、界面活性剤や抗菌剤として広く利用されている。特に洗剤、および医薬部外品・化粧品など香粧品分野での利用が多い。通常、N-長鎖アシルアミノ酸の有機アミン塩またはアルカリ金属塩は水溶液の状態で流通しており、水溶液のまま最終形態に合わせて処方される。本発明でいうN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液は実質的にN-長鎖アシルアミノ酸塩と水とかなる透明な水溶液であり、必要に応じて、これに色素、香料、可溶剤、ビルダー等の補助剤を適宜加え、配合液として最終の香粧品組成物とする。このためN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液は最終製品として配合されるまでに貯蔵されることが多く、場合によっては低温下にさらされることも多い。

【0003】これまで、N-長鎖アシルアミノ酸塩として特にナトリウム塩、カリウム塩を使用する場合には、該N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液を低温下に貯蔵した場合等に不溶物が析出することが多く、これを最終製品に配合する際に再溶解したりまたはろ過したりする手間を要する問題点があり、低温下で貯蔵した場合でも析出物のないN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液が求められていた。

【0004】特開平6-49461号公報では対イオンとしてカリウムイオンを含有し、水溶液のpHを5.5～8に調整して温度安定性を改良したN-アシルグルタミン酸塩を含有する液体洗浄剤組成物が開示されている。しかし本発明者らの実験によるとN-アシルグルタミン酸カリウム水溶液は、該水溶液のpHが6.8以上において低温安定性の改善効果は顕著であるが、水溶液のpHが6.5以下の場合においては低温安定性の十分な改善効果は認められず、特定のpH範囲でしか十分な低温安定性が得ることができなかった。例えば参考例として表1に示すように、pH6.3に調整したN-ラウロイル-L-グルタミン酸カリウム水溶液、N-ココイ

ルーL-グルタミン酸カリウム水溶液水溶液において低温安定性を評価してみたところ、-5℃での評価においては、それぞれ、「1日目に全体が凝固」、「2日目に析出物発生」という結果であった。即ち、この方法で得られるN-アシルグルタミン酸カリウム水溶液は、特定のpH範囲でしか十分な低温安定性を得ることができない。

【0005】N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液は香粧品原料として種々の配合系で使用されるため、最終製品のpHにおいて経時の低温安定性も要求されることになる。従って、先述の特開平6-49461号公報の方法においては低温での経時安定性が特定のpH範囲でしか得ることができないため配合系での処方作成を困難であり、より広い用途に対して処方を作成するにはにはいまだ問題を残すものである。

【0006】このように、N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液をより広い処方系で使用できる、即ち該水溶液のpHに依存せず、低温での十分な安定性が得られるような改善法が求められていた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、pHに依存せず優れた低温安定性を発揮するN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、N-長鎖アシルアミノ酸塩のようなイオン性界面活性剤水溶液の低温下での安定性を増すためには、たとえばそれ自身界面活性性能を有するようある種の親水性物質を少量混合することが有効ではないかと考え、前記従来技術の問題点を解決すべく鋭意検討した。その結果、N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液に炭素数12以上の親水性物質を少量混合することで、起泡性、泡安定性、高温安定性、臭気等の基本的な物性を損なうことなく、pHに依存せず低温安定性に優れたN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液が得られることを見出し、本発明の完成に至った。

【0009】すなわち、本発明は、(1) N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液において、炭素数12以上の親水性物質をN-長鎖アシルアミノ酸塩に対し1重量ppm～10重量%含有することを特徴とするN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液、(2) 炭素数12以上の親水性物質が、長鎖アルコール、両性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、親水性高分子またはオリゴマーから選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする前記(1)記載のN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液、に関する。以下、本発明を詳細に説明する。

【0010】本発明でいうN-長鎖アシルアミノ酸とは、アミノ酸のアミノ基に、炭素数8～20の飽和または不飽和の脂肪酸から誘導されるアシル基を導入したものである。N-長鎖アシルアミノ酸中のアミノ酸残基は α -アミノ酸、 β -アミノ酸、 γ -アミノ酸や ω -アミ

限はないが、0.1～50重量%が好ましく、0.1～40重量%がより好ましい。

【0014】本発明でいう親水性物質とは、水との相互作用が強い有極性の原子団を分子内に有するもので、かつ分子内の炭素数が12以上のものである。有極性基としては、例えば次に示すようなものがある。 $-SO_2M$, $-OSO_2M$, $-COOM$, $-OPO_2M_2$, $-PO_2M_2$, $-NHC_6H_4COOM$, $-N(CH_3)_2CH_2C_6H_4OOM$, $-NHC_6H_4OSO_2M$, $-N(CH_3)_2C_6H_4OCH_2M$, $-CN$, $-OH$, $-NHCONH_2$, $-(OCH_2CH_2)_n-$, $-CH_2OCH_2-$, $-OCH_2-$, $-COOCH_2-$, $-CS$, $-OPO_2(OM)_2$, $-N(C_6H_4OH)_2$, ピロリドン基, (M:アルカリ金属、NH₄または有機塩基)

【0015】本発明の親水性物質として、N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液の低温安定性を改善する上で好ましいものは長鎖アルコール、両性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、親水性基を有する高分子またはオリゴマーである。

【0016】長鎖アルコールとしては炭素数12以上のアルコールまたはそれらの混合物等であり、例えば、ラウリルアルコール、セタノール、セトステアリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコール、ラノリンアルコール、水添ラノリンアルコール、ヘキシルデカノール、オクチルドデカノール等があげられる。

【0017】両性界面活性剤としては、カルボキシベタインやスルホベタインのようなベタイン型、アミノカルボン酸型、イミダゾリン誘導体型があり、例えばジメチルラウリルベタイン、ココイルジメチルアミノ酢酸ベタイン、トリメチルグリシン等があげられる。

【0018】アニオン系界面活性剤としては、親水基の構造で分類するとカルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩があり、例えば、脂肪酸塩、アルキル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸エステル塩、アルファーオレフィンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルスルホン酸塩、ジアルキルスルホカハク酸塩、アルファースルホン化脂肪酸塩、N-アシルアミノ酸塩、N-アシル-N-メチルタウリン塩、硫酸化油脂、ポリオキシエチレンスチレン化フェニルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルリン酸塩、ナフタリンスルフォン酸塩ホルマリン縮合物等である。

【0019】非イオン性界面活性剤としては、脂肪酸アルキロールアミド、アルキルアミンオキサイド、ポリオキシエチレンアルキルエーテル(AE)、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリスチリルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポ

リオキシプロピレングリコール、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル、多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン多価アルコール脂肪酸部分エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ひまし油、ポリオキシエチレンアルキルアミン、トリエタノールアミン脂肪酸部分エステルなどがあげられる。

【0020】親水性基を有する高分子またはオリゴマーとしては、セルロース・デンプン等の多糖類、オリゴ糖類、ペプチド、ビニル重合体、またはこれらの誘導体等があり、ビニル重合体としては、先に示したような親水性基を有するビニル化合物の1種または2種以上による付加重合によって生成する一般に高分子量の重合体または共重合体がある。また、ビニル化合物のように共重合可能なものはその親水性が大きく損なわれない程度であれば、疎水性基を有するビニル化合物との共重合体であっても何ら問題はない。

【0021】例えばヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリドエーテル、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、ニトロセルロース、可溶性デンプン、カルボキシメチルデンプン、メチルデンプン、グーガム、ローカストビンガム、クインシード、カラギーナン、ガラクタン、アラビアガム、ペクチン、マンナン、デンプン、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、カードラン、ヒアルロン酸、ショ糖、麦芽糖、乳糖、トレハロース、セロビオース、イソマルトース、ゲンチオビオース、ラフィノース、ゲンチアナース、パノース、マルトトリオース、スタキオース、ゼラチン、カゼイン、アルブミン、コラーゲン、アルギン酸プロピレングリコールエステル、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸(塩)、ポリエチレンオキシド、(完全ケン化型またはケン化度60mol%以上の部分ケン化型)ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、メトキシエチレン無水マレイン酸共重合体、両性メタクリル酸エステル共重合体、ポリ塩化ジメチルメチレンビペリジニウム、ポリアクリル酸エステル共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、エチレン-無水マレイン酸共重合体、ビニルエーテル系重合体、シリコーンレジン等があげられる。

【0022】上記に共重合体として示してない、例えばポリアクリル酸(塩)やポリビニルピロリドンでも、その分子の親水性が大きく損なわれない程度であれば、他種のビニル化合物との共重合体であっても問題はない。親水性高分子またはオリゴマーの分子量は、500～1000000のものが特に制限なく用いることができる。

【0023】本発明のN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液は、N-長鎖アシルアミノ酸塩に上記の親水性物質より選ばれた1種または2種以上を混合してなるものである。

【0024】本発明のN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液における親水性物質の含有量は、N-長鎖アシルアミノ酸（塩）の種類や中和度によって異なるが、N-長鎖アシルアミノ酸塩に対して1重量ppm～10重量%で低温安定性の改善効果が発現する。親水性物質の含有量がN-長鎖アシルアミノ酸塩に対して1重量ppmよりも少ない場合は、低温安定性の改善効果が小さいか、あるいは十分ではない。一般に低温安定性は親水性物質の含有量が増えるほど向上するが、含有量が10重量%を超える場合、改善効果は顕著には増加しなくなること、親水性物質の種類によっては組成物の粘度が上昇すること、組成物の起泡力を低下させてしまうこと、親水性物質の種類によっては水溶液を加熱したときに濁りを生じたり、また長期保存時に着色を生じたりすること、等の不具合が生じることがある。好ましくは親水性物質の含有量は、N-長鎖アシルアミノ酸塩に対して10重量ppm～5重量%である。親水性物質の種類によってはその含有量がN-長鎖アシルアミノ酸塩に対して10重量ppm～1重量%でも十分な効果が得られるものがあるので、その場合は効果の得られる範囲で含有量を少なく

表1

	N-長鎖アシルアミノ酸塩	中和度	pH	低温安定性 1day後	低温安定性 2day後	低温安定性 5day後
参考例 1	N-ラウロイル-L-グルタミン酸カリウム	1.6	6.3	×	×	×
参考例 2	N-ラウロイル-L-グルタミン酸カリウム	1.8	6.8	○	○	○
参考例 3	N-ココイル-L-グルタミン酸カリウム	1.6	6.3	△	×	×
参考例 4	N-ココイル-L-グルタミン酸カリウム	1.7	6.5	○	×	×
参考例 5	N-ココイル-L-グルタミン酸カリウム	1.8	6.8	○	○	○

【0029】（実施例1～12および比較例1）対イオンがカリウムイオンであるN-ココイル-L-グルタミン酸塩水溶液（固形分30重量%）と親水性物質とを混合して、親水性物質が表2に示す組成となるような水溶液を調製した。ここでは、ポリビニルピロリドンは分子量25000のものを用いた。ポリビニルアルコールは重合度500、ケン化度86～90mol%の部分ケン

することがさらに好ましい。

【0025】以下、実施例に従って本発明の方法を詳細に説明する。本発明はこれに限定されるものではない。本発明の実施例等における効果の測定は、以下の試験法と評価法によって行った。

【0026】（低温安定性試験）N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液をガラスサンプル瓶に入れて、これを0℃、-5℃の低温庫に静置した。0℃でにて静置したものについて、3日後、10日後に液の状態を観察した。ま

た、-5℃にて静置したものについて、1日後、5日後液の状態を観察した。評価は以下の基準に従った。

液の透明状態に全く変化のないもの ○

わずかに濁りの発生したもの △

凝固または析出沈殿したもの ×

【0027】（参考例1～5）対イオンがカリウムイオンであるN-ラウロイル-L-グルタミン酸塩水溶液（固形分30重量%）またはN-ココイル-L-グルタミン酸塩水溶液（固形分30重量%）を用いて、前記の方法により-5℃での低温安定性試験を実施した。中和度はN-長鎖アシルアミノ酸1モルに対する対イオンのモル数で示す。結果を表1に示す。

【0028】

【表1】

化型のものを用いた。これらについては以下の実施例でも同じものを用いた。この水溶液を用いて、前記の方法により0℃での低温安定性試験を実施した。結果を併せて表2に示す。

【0030】

【表2】

表2

	対イオン	中和度	pH	親水性物質	含有量 vs. アシルアミノ酸	低温安定性 3day後	低温安定性 10day後
実施例 1	カリウム	1.6	6.3	* 2	1.5 %	○	○
実施例 2	カリウム	1.6	6.3	ラクリルアルコール	0.3 %	○	○
実施例 3	カリウム	1.6	6.3	ラクリルヘタイン	1.5 %	○	○
実施例 4	カリウム	1.6	6.3	アルキルリン酸 * 1	1.5 %	○	○
実施例 5	カリウム	1.6	6.3	ボリビニルビロットン	3.3 %	○	○
実施例 6	カリウム	1.6	6.3	ボリビニルアルコール	3.0 %	○	○
実施例 7	カリウム	1.6	6.3	* 2	65ppm	○	○
実施例 8	カリウム	1.6	6.3	ラクリルアルコール	33ppm	○	○
実施例 9	カリウム	1.6	6.3	ラクリルヘタイン	52ppm	○	○
実施例 10	カリウム	1.6	6.3	アルキルリン酸 * 1	96ppm	○	○
実施例 11	カリウム	1.6	6.3	ボリビニルビロットン	35ppm	○	○
実施例 12	カリウム	1.6	6.3	ボリビニルアルコール	42ppm	○	○
比較例 1	カリウム	1.6	6.3	---	---	△	×

* 1 ポリオキシエチレンラクリルエーテルリン酸塩

* 2 ラウリン酸ジエタノールアミン

【0031】表2から明らかなように、比較例1で示す親水性物質を添加しないN-ココイル-L-グルタミン酸カリウム(pH 6.3)水溶液は、0℃での経時低温安定性が十分ではない。これに対し、実施例1～12に示すように、親水性物質を混合した前記の組成物は同じpHにおいても、良好な低温安定性を示した。

【0032】(実施例13～18および比較例2)対イ

オンがカリウムイオンであるN-ココイル-L-グルタミン酸塩水溶液(固体分30重量%)と親水性物質とを混合して、親水性物質が表3に示す組成となるような水溶液組成物を調製した。この水溶液を用いて、前記の方法により-5℃での低温安定性試験を実施した。結果を併せて表3に示す。

20 【0033】

【表3】

表3

	対イオン	中和度	pH	親水性物質	含有量 vs. アシルアミノ酸	低温安定性 1day後	低温安定性 5day後
実施例 13	カリウム	1.6	6.3	* 2	6.6 %	○	○
実施例 14	カリウム	1.6	6.3	ラクリルアルコール	5.0 %	○	○
実施例 15	カリウム	1.6	6.3	ラクリルヘタイン	4.5 %	○	○
実施例 16	カリウム	1.6	6.3	アルキルリン酸 * 1	8.0 %	○	○
実施例 17	カリウム	1.6	6.3	ボリビニルビロットン	5.0 %	○	○
実施例 18	カリウム	1.6	6.3	ボリビニルアルコール	5.0 %	○	○
比較例 2	カリウム	1.6	6.3	---	---	×	×

* 1 ポリオキシエチレンラクリルエーテルリン酸塩

* 2 ラウリン酸ジエタノールアミン

【0034】(実施例19～24および比較例2～3)対イオンがナトリウムイオンであるN-ココイル-L-グルタミン酸塩水溶液(固体分27重量%)と親水性物質とを混合して、親水性物質が表4に示す組成となるよ

うな水溶液組成物を調製した。この水溶液を用いて、前記の方法により0℃での低温安定性試験を実施した。結果を併せて表4に示す。

21 【0035】

【表4】

表4

	対イオン	中和度	pH	親水性物質	含有量 vs. アシルアミノ酸	低温安定性 3day後	低温安定性 10day後
実施例 19	ナトリウム	1.7	6.5	* 1	3.3 %	○	○
実施例 20	ナトリウム	1.7	6.5	ラクリルアルコール	3.2 %	○	○
実施例 21	ナトリウム	1.7	6.5	ラクリルヘタイン	3.6 %	○	○
実施例 22	ナトリウム	1.7	6.5	アルキルリン酸 * 2	3.3 %	○	○
実施例 23	ナトリウム	1.7	6.5	ボリビニルビロットン	3.2 %	○	○
実施例 24	ナトリウム	1.7	6.5	ボリビニルアルコール	3.0 %	○	○
比較例 3	ナトリウム	1.7	6.5	---	---	△	×

* 1 ラウリン酸ジエタノールアミン

* 2 ポリオキシエチレンラクリルエーテルリン酸塩

【0036】

【発明の効果】本発明によれば、従来法に比べ次の利点がある。N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液と、少量の親

50 水性物質とを混合することにより、低温下での長期保存

時にも渦りや沈殿を生じないN-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液を得ることができる。また、本発明の組成物はpH

に依存せず優れた低温での経時安定性を示すことからより広範囲の処方系に適用できるものである。

フロントページの続き

(51) Int.CI.¹
C 1 1 D 17/08

識別記号

F I
C 1 1 D 17/08

マーク (参考)

F ターム(参考) 4H003 AB03 AB09 AB10 AB11 AB39
AB44 AB46 AD04 BA12 EB04
EB28 EB33 ED02 FA16 FA35
4H006 AA03 AA05 AB03 AB12 AB68
BS10 BU32 BV34 NB17

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.